

Helsinki 17.9.2003

14 DEC 2004

FI 103 / 005 22  
10/518006

ETUOIKEUSTODISTUS  
PRIORITY DOCUMENT

REC'D 07 OCT 2003

WIPO PCT



Hakija  
Applicant

Liekki Oy  
Lohja

Patenttihakemus nro  
Patent application no

20021269

Tekemispäivä  
Filing date

28.06.2002

Kansainvälinen luokka  
International class

C03B

Keksinnön nimitys  
Title of invention

"Menetelmä seostetun lasimateriaalin valmistamiseksi"

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims, abstract and drawings originally filed with the Finnish Patent Office.

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

*Marketta Tehikoski*

Marketta Tehikoski  
Apulaistarkastaja

Maksu 50 €  
Fee 50 EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A  
P.O.Box 1160  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

Puhelin: 09 6939 500  
Telephone: + 358 9 6939 500

Telefax: 09 6939 5328  
Telefax: + 358 9 6939 5328

**Best Available Copy**

## MENETELMÄ SEOSTETUN LASIMATERIAALIN VALMISTAMISEKSI

Keksinnön kohteena on oheisen patenttivaatimuksen 1 johdanto-osan mukainen menetelmä seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi.

Eräs seostettujen lasimateriaalien tärkeä käyttökohde ovat valoa vahvistavat aaltojohteet, esimerkiksi aktiivivalokuidut, joiden valoa vahvistavat ominaisuudet perustuvat stimuloitun emission hyväksikäyttöön. Stimuloitun emission mahdollistamiseksi aktiivivalokuidun ytimen, ja mahdollisesti myös ydintä ympäröivän kuorikerroksen lasimateriaalia seostetaan seosteaineilla (engl. dopant), joina käytetään harvinaisia maametalleja, esimerkiksi erbiovia. Valokuitujen lisäksi seostettuja lasimateriaaleja voidaan käyttää myös erillisissä optisissa tasoaaltojohteissa (engl. planar waveguides).

Aktiivivalokuituja valmistetaan vetämällä lasia valokuiduksi kuituaihiosta (engl. fiber preform), joka kuituaihiu voidaan saada aikaan useammalla erilaisella tavalla. Eräs yleisesti käytetty tapa kuituaihion valmistamiseksi on kasvattaa lasimateriaalia luurian (engl. mandrel) tai vastaavan pyöriväksi järjestetyn substraatin ympärille liekki-hydrolyysipinnoituksella FHD (engl. flame hydrolysis deposition). Kun em. kasvatus suoritetaan kuituaihion ulkokehältä käsin puhutaan tässä yhteydessä usein myös ns. OVD-menetelmästä (engl. outer vapour deposition). FHD-menetelmää sovelletaan myös optisissa tasoaaltojohteissa tarvittavien lasikerrosten muodostamiseksi tasomaiselle substraatille.

FHD-menetelmässä käytetään termisenä reaktorina tyypillisesti vetyhappi-liokkiä ja lasimateriaalin valmistuksessa käytettävät lasia muodostavat perusalneet, esimerkiksi pii- tai germaniumtetrakloridi ohjataan polttimelle ja liekkiin tyypillisesti höyrymäisessä (engl. vapour) muodossa. Lasimateriaalin seosteaineet, kuten esimerkiksi erbium, ohjataan polttimelle ja liekkiin tyypillisesti kantokaasun mukana höyrynä tai aerosolipisaroina, jotka on muodostettu seosteaineita sisältävästä nesteestä vastaavasti joko höyryttämällä tai sumuttamalla.

## 2

Vaihtochtoisesti hakijan kehittämän ratkaisun mukaisesti seosteaineet voidaan ohjata aina polttimelle saakka nestemäisinä ja pirsottaa (engl. atomize) aerosolipisaroiksi esimerkiksi vetyvirtausta käyttäen vasla liekin välittömässä läheisyydessä. Tästä menetelmästä, jota kuvataan tarkemmin osimerkiksi hakijan aikaisemmassa WO-julkaisussa 00/20346 ja jota voidaan pitää perinteisen FHD-menetelmän jatkokehittelmänä, käytetään jäljempänä nimitystä nesteliekkiruiskutus (engl. liquid flame spraying).

- 5
- 10 FHD- tai nesteliekkiruiskutusmenetelmässä termisenä reaktorina toimivassa liekissä perusaineista ja seosteaineista muodostuu edelleen aerosolihiukkasia, jotka aerosolihiukkasat ohjautuvat pinnoitettavalle substraatille muodostaen soostettua huokoista lasimateriaalipinnoitetta. Näistä aerosolihiukkasista käytetään englanninkielisessä kirjallisuudessa usein nimitystä "glass soot". Kun sopiva pinnoitokerros huokoista lasimateriaalia on saatu kasvatettua tuuman tai muun substraatin päälle, sintrataan em. pinnoitekerros tiiviiksi lasiksi lämpökäsittelmällä substraatti sopivassa korkeassa lämpötilassa.
- 15
- 20 Tunnetaan myös ns. nesteseostusmenetelmä (engl. solution doping), jossa pelkistä perusaineista kasvatettu seostamaton kuituaihio kastetaan seosteaineita sisältävään liuokseen vasta kuituaihion kasvatuksen jälkeen ennen kuituaihion sintraamista.
- 25
- 30 Harvinaiset maametallit liukenevat sinällään huonosti kvartsilasiin ja vaativat, että esimerkiksi  $\text{SiO}_2$ -pohjaisen lasin rakennetta on muutettu lisäämällä lasiin sopivaa oksidia. Tarkoitukseen soveltuvia oksideja ovat esimerkiksi  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$  tai  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Edullisimmin tämä oksidi on alumiinioksidia  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , joka samalla saa aikaan lasin taitekertoimen kasvun.

- 35
- Seostettaessa valokuidun (tai muun aaltojohteen) ydintä harvinaisella maametallilla, saadaan alumiinioksidin avulla samalla aikaan ytimen taitekertoimen kasvu suhteessa kuorikerrokseen, mikä on tarpeen valokuidun toimintaperiaalleen toteutumiseksi. Hakijan nesteliekkiruiskutusmenetelmässä alumiini lisätään pirsottamalla liekkiin sopivaan nesteeseen liotettua alumiinikloridia. Tarkoitukseen

## 3

soveltuvia nesteitä ovat esimerkiksi vesi, orgaaniset liuottimet kuten etanoli, metanoli, asetonit tai edellisten seokset. Harvinaisille maametalleille, kuten orbiun käytetään vastaavasti nesteeseen liuotettuja nitraatti- tai kloridipohjaisia lähteitä.

5

Edellä kuvaluilla menetelmillä tapahtuvassa kasvatuksessa seostettaessa silikaatti/aluminalasia harvinaisilla maametalleilla, on eräänä ongelmana seosteaineiden epähomogeeninen jakautuminen lasipinnoitetta muodostaviin aerosolihlukkasiin. Tämä aiheutuu mm.

10

seosteaineiden taipumuksesta parinmuodostukseen. Kemiallisessa tasapainossa erbiun ei liukene mainituissa materiaaleissa yksittäisinä ioneina erillään toisistaan. Kaasufaasissa erbiun pyrkii hapettumaan muotoon  $\text{Er}_2\text{O}_3$  ja kiinteässä faasissa erbiun pyrkii alumiinin kanssa

15

tyypillisesti faasisysteemiin  $\text{Al}_5\text{Er}_3\text{O}_{17} + \text{Al}_2\text{O}_3$ . Toisin sanoen alumiinin kanssa erbiun pyrkii esiintymään klusteroituneena omilla faaseissaan. Vaikka tilanne lasimaisessa silika/alumina systeemissä onkin edellä kuvattua monimutkaisempi, antaa edellä esitetty tarkastelu käsityksen erbiumin käyttäytymisestä.

20

Erityisesti nesteliikkimenetelmää käytettäessä suuri osa alumiinista ja valtaosa erbiunista pyrkii jäämään nestemäisen aerosolipisarasta sen liokissa "kulvuessa" syntyvään kiinteään jäännöshiukkaseen, jossa em. aineiden hapettuminen lasia muodostaviksi oksideiksi tapahtuu. Tästä johtuen prosessissa syntyvä kuituhallo sisältääkin tyypillisesti ainakin

25

kahdenlaisia "glass soot"-hiukkasia. Ensinnäkin höyrymäisistä perusaineista kondensoitumisen ja sitä liekissä seuraavan haihtumisen/kuivumisen kautta syntyneitä pienikokoisia Si-pitoisia (tai Ge-pitoisia) hiukkasia. Toiseksi näitä Si-hiukkasia tyypillisesti suurempikokoisia alumiini- ja erbiumpitoisia jäännöshiukkasia. Näistä

30

erityyppisistä hiukkasista johtuen lasimateriaalissa esiintyy taipumusta kiteytymiseen lasimateriaalia sintrallaessa.

35

Sintrauksen aikana osa kileistä saattaa myös sulaa, mikä parantaa lasimateriaalin homogeenisuutta. Vaarana on kuitenkin se, että varsinkin suurimpiin jäännöshiukkasiin jääneet seosteaineet eivät kuitenkaan tällöinkään täysin liukene lasiin, jolloin pienessä mittakaavassa tarkasteltuna seurauksena on seosteaineiden

4

epähomogeeninen jakautuminen paikallisesti lasimateriaalissa. Tämä helkentää lasin valoa vahvistavia ominaisuuksia.

5 Toisaalta esimerkiksi piikiekolle kasvatetun tasoaaltojohteen tapauksessa sintrauksessa käytettävät lämpötilat ovat rajoitetumpia kuin valokuidulle tarkoitetun kuituaihion tapauksessa. Tällöin valmiiseen lasikalvoon jää sintrauksen jälkeonkin väistämättä sirontaa aiheuttavia ei-toivottuja kileitä ja lasimateriaalin epähomogeenisesta koostumuksesta johtuen myös lasin valoa vahvistavat ominaisuudet ovat epäideaaliset,

10 Kaikissa sellaisissa prosesseissa, jossa "glass sool"-hiukkaset ja erityisesti seosteaineita sisältävät hiukkaset eivät synny olennaisesti suoraan kaasufaasin kautta kondensoitumalla, vaan välivaiheena ovat suuremmat nestemäiset aerosolipisarat, ongelmana on myös erilaisten epäpuhtauksien jääminen (kapseloituminen) aerosolipisaroista syntyviin jäännöshiukkasiin.

20 Nyt käsillä olevan keksinnön pääasiallisena tarkoituksena on esittää kokonaan uusi menetelmä seostetun lasimateriaalin tuottamiseksi, jolla menelelmällä vältetään teknillan tason mukaisissa prosesseissa ilmeneviä edellä selostettuja ongelmia.

25 Keksinnön tarkoituksena on siten mahdollistaa aikaisempaa tasalaatuisemman seostetun lasimateriaalin valmistaminen, jossa lasimateriaalissa ei esiinny haitallista kiteytymistä ja lasin koostumus on myös mikrotasolla aiempaa homogeenisempi. Näin muodostetussa lasimateriaalissa ilmenee siten vähemmän ei-toivottua valon sirontaa, joka sironta aiheuttaa ko. lasimateriaalista valmistetuissa valojohteissa valon vaimentumista/häviöitä. Lasimateriaalin valoa vahvistavat ominaisuudet saadaan keksinnön avulla myös alempaa optimaalisemmiksi, jolloin lasimateriaalista saadaan valmistettua aiempaa parempia aktiivivalojohteita, esimerkiksi aktiivivalokuituja.

35 Näiden tarkoitusten toteuttamiseksi keksinnön mukaiselle menelelmälle on pääasiallissa tunnusomaisista se, mikä on esitetty itsenäisen patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa.

Muissa epäitsenäisissä vaatimuksissa on esitetty eräitä keksinnön edullisia suoritusmuotoja.

- 5 Keksinnön olennaisena perusajatuksena voidaan pitää sitä, että kaikki seostetun lasimateriaalin valmistuksessa tarvittava lähtöaineet, sekä perusaineet että seosteaineet saatetaan aluksi höyrymäiseen olomuotoon eli kaasufaasiin. Polkietynneiden ainesosien kondensointi kaasufaasista nestefaasiin suoritetaan erittäin nopeasti siten, että kaikki lähtöaineiden sisältämät seostetun lasin muodostuksessa
- 10 tarvittavat ainesosat saadaan olennaisesti yhtä aikaa ylilylläisyystilaan, jolloin näin muodostuvien nestepisaroiden, ja niistä välittömästi edelleen muodostuvien kiintöiden hiukkasten koostumus saadaan hyvin homogeeniseksi. Hiukkaston homogeenisella koostumuksella tarkoitetaan tässä yhteydessä sitä, että eri hiukkasilla on ensinnäkin keskenään samanlainen koostumus, mutta lisäksi myös sitä, että yksittäisen hiukkasen paikallinen sisäinen koostumus on homogeeninen, eli yksittäisessä hiukkasessa kaikki ainesosat ovat tasaisesti jakautuneet hiukkasen koko tilavuuteen.
- 15 Keksinnön mukaisesti edellä mainittu lähtöaineiden ainesosien nopea kondensoituminen saadaan aikaan joko lähtöaineiden nopealla hapettamisella ja/tai lähtöaineiden kaasuvirtauksen nopealla adlabaattisella laajentamisella.
- 20 Keksinnön mukaiset olosuhteet järjestetään sellaisiksi, että hiukkaset myös kiinteytyvät välittömästi kondensoitumisen jälkeen, jolloin kemiallisia faasitasapainoja ei ehditä saavuttaa.
- 25 Keksinnön avulla seostetusta lasimateriaalista voidaan valmistaa koostumukseltaan aiempaa homogeenisempaa, jolloin esimerkiksi valoa vahvistavissa ja harvinaisilla maametalleilla seostetuissa lasimateriaaleissa vahvistusominaisuudet saadaan optimoitua tekniikan tasoa paremmiksi. Esimerkiksi erblumia seosteaineena käytettäessä
- 30 keksinnön avulla voidaan estää erblumin klusteroitumista ja erblum saadaan jakautumaan tasaisemmin lasimateriaalin, sopivimmin yksittäisiksi lioneiksi. Piilustaisten tasoaaltojohteiden tapauksessa vältytään lasimateriaalin kiteytymisestä johtuvilta ongelmilta ja
- 35

## 6

kiteytymisestä seuraavilta oi-toivotuilta sirontaominaisuuksilta. Edelleen keksinnön avulla voidaan välttää sellaisia epäpuhtauksia, jotka tekniikan tason prosesseissa pyrkivät kapseloitumaan jäännöshiukkasten sisäisiin.

5

Keksintöä ja sen eräitä edullisia suoritusmuotoja selostetaan seuraavassa tarkemmin, jolloin alan ammattimiehelle käyvät paremmin selville myös keksinnöllä saavutettavat tärkeimmät edut. Keksintöä selostetaan viittaamalla oheisiin kuviin, joissa

10

kuva 1 esittää periaatteellisena perspektiivikuvantona erästä keksinnön mukaista reaktoria,

15

kuva 2 esittää periaatteellisesti kuvan 1 mukaisen reaktorin poikkileikkausta, ja

kuva 3 esittää periaatteellisena sivukuvantona erästä toista keksinnön mukaista reaktoria.

20

Keksinnön mukaisesti seostetun lasimateriaalin valmistuksessa tarvittavat kaikki lähtöaineet, sekä perusaineet (esimerkiksi Si tai Ge) että seosteaineet (esimerkiksi Al ja harvinaiset maametallit) saatetaan aluksi höyrymäiseen olomuotoon eli kaasufaasiin mainittujen aineiden lämpötilaa sopivasti kohottamalla ja valitsemalla lähtöaineille kullekin tätä varten sopiva kemiallinen koostumus. Lähtöaineiden lämmitys voidaan toteuttaa millä tahansa alan ammattimiehelle sinänsä ilmeisellä tavalla. Lasimateriaalin perusaineena voidaan käyttää esimerkiksi pilitetrakloridia  $\text{SiCl}_4$  ja seostoina alumiinia ja erbiumia, viimeksi mainittuja joko nitraatteina tai klorideina. Alumiinin ja erbiumin lähteinä käytettäviä yhdisteitä voidaan esimerkiksi liuottaa sopiviin nesteisiin ja ko. liuoksia lämmittämällä höyrystää edelleen kaasufaasiin. Kaasufaasiin saatettujen lähtöainoiden kuljettamisessa voidaan käyttää apuna sopivia karilokaasuja.

25

30

35

Kaasumaiset ja pelkistyneessä olomuodoissa olevat perus- ja seosteaineet ohjataan seuraavaksi toisiinsa sekoitettuina tai edelleen toisistaan erillisinä kaasuvirtauksina B,D virtauskanavana toimivaan

## 7

reaktoriin R pitämällä samalla niiden lämpötila sellaisena, että perus- ja seosteaineet B,D säilyvät höyrymäisissä olomuodoissaan. Perus- ja seosteaineiden keskinäistä suhdetta voidaan säätää kaasuvirtausten B,D keskinäistä suhdetta esimerkiksi säätöventtiilien, kuten

5 massavirtasäätäjien avulla muuttamalla, tai muulla sopivalla tavoin.

Reaktorissa R perusaineiden kaasuvirtaus B ja seosteaineiden kaasuvirtaus D sekoitetaan (kuvassa 1 kohdassa M) keskenään yhdistäen ne lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi BD. Vaihtoehtoisesti

10 kaasuvirtausten B,D yhdistäminen ja sekoittaminen on voitu suorittaa jo ennen reaktorin R. Alan ammattimiehelle on selvää, että kaasuvirtauksia B,D,BD kuljettavien putkilinjojen ja vastaavien, sekä myös reaktorin R seinämien on edullista olla lämmitettyjä, jotta lähtöaineita ei merkittävässä määrin pääse kondensoitumaan niiden

15 seinämiin.

Perus- ja seosteaineiden kaasuvirtausten B,D kuumentamiseen ja sekoittamiseen voidaan tavanomaisten lämmitettyjen putkilinjojen ja kuvan 1 mukaiseen uunimaiseen reaktoriin R sijoitettujen sekoitussuuttimien tai vastaavien alan ammattimiehelle ilmeisten

20 ralkaisujen sijaan käyttää myös esimerkiksi valokaaren avulla aikaansaattua plasmakaasua, johon kantokaasuna toimivaan plasmakaasuun perus- ja seosteaineiden kaasuvirtauksia sekoitetaan.

Keksinnön erään suoritusmuodon mukaisesti reaktorissa R pelkistyneessä muodossa olevat kuumat ja toisiinsa sekoittuneet kaasuvirtauksen BD kaasut/höyryt hapetetaan ja siten samalla kondensoidaan erittäin nopeasti lasimateriaalia muodostaviksi oksideiksi. Hapetus/kondensointi suoritetaan sellaisessa lämpötilassa,

30 jossa kaikille lähtöaineille muodostuu moninkertainen ylikylläisyystila. Tällöin kondensaatio tapahtuu salamannopeasti siten, että kaikki lähtö- ja seosteainekomponenttien ollessa ylikylläisyystilassa kondensoitumisen seurauksena muodostuu pisaroita ja välittömästi edelleen lasihiukkasia P, joiden keskinäinen sekä sisäinen koostumus on homogeeninen. Hiukkasten P sisäisellä homogeenisella koostumuksella tarkoitetaan tässä yhteydessä sitä, että eri ainesosat

35 ovat tasaisesti jakautuneet hiukkasen koko tilavuuden suhteen ilman



8

korroksittaisia tai muunlaisia paikallisesti epähomogeenisia rakenteita. Lähtöaineiden konsentraatioiden suhde hiukkasissa määräytyy olennaisesti sen mukaan, mikä eri lähtöaineiden konsentraatioiden suhde oli kaasufaasissa kaasuvirtauksessa BD ennen kondensoitumista.

Alan ammattimiehelle on selvää, että koska kysymyksessä on lasimainen materiaali, jolla ei ole selkää sulamis- tai kiinteytymislämpötilaa, tulee termi "kondensoituminen" ymmärtää tässä yhteydessä laajasti. Toisin sanoen kondensoitumisen seurauksena voidaan ymmärtää tilanteesta riippuen muodostuvaksi joko nestemäinen tai kiinteä lasihiukkanen.

Keksinnön edellä selostetun suoritusmuodon ymmärtämisen kannalta on tärkeää havaita, että lähtöaineiden hapettuneiden muotojen kylläinen höyrynpaine tietyssä tarkastellavassa lämpötilassa on merkittävästi alempi kuin vastaavilla pelkistyneillä muodoilla. Tästä johtuen kaasufaasissa olevien lähtöaineiden nopea kondensointi voidaan suorittaa sekoittamalla pelkistyneiden lähtöaineiden kaasuvirtaukseen nopeasti hapettavia kaasuja.

Kuvassa 1 esitetyn keksinnön edullisen suoritusmuodon mukaisesti kondensointi/hapetus suoritetaan johtamalla reaktoriin H voimakkaat hapettavien kaasujen suihkut O, jotka on edullisesti sijoitettu poikittain lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD nähden. Sopivimmin hapettavien kaasujen suihkuja O on edelleen sijoitettu reaktorin kahdelle vastakkaiselle seinämälle kuvan 2 mukaisesti siten, että vastakkaiset ja reaktorin poikkisuunnassa vierokkaiset kaasusuihkut O ovat sijoittuneet toisiinsa nähden limittäin. Tämä tehostaa hapettavien kaasujen suihkujen O lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD synnyttämää turbulenssia, joka sekoittaa hapettavat kaasut O ja lähtöainekaasut BD tehokkaasti keskenään. Hapettavien kaasujen suihkuja O voi olla järjestetty myös useammalle reaktorin R seinämälle, tai ne voivat olla suunnattu suhteessa lähtöaineiden kaasuvirtaukseen BD myös muulla voimakasta turbulenssia ja sekoittumista edistävällä tavoin.

## 9

Hapettavina kaasuina voidaan käyttää esimerkiksi happea tai hiilidioksidia. Hapettavat kaasut O voivat reaktoriin tullessaan olla samassa lämpötilassa pelkistyneessä muodossa olevien lähtöainekaasujen kanssa, toisin sanoen kuumia. Tällöin kondensaatio aiheutuu pääasiallisesti lähtöainesten oksideiksi hapettucssaan  
5 kokemasta höyrönpaineen muutoksesta. Edullisesti hapettavat kaasut ovat kuitenkin "kylmiä", mikä tehostaa ja nopeuttaa kondensaatiota.

Reaktoriin R on järjestetty olosuhteet, joissa lähtöaineiden BD  
10 oksidoituminen voi tapahtua reaktiolämpötiloissa, jotka ovat tyypillisesti luokkaa 1000 - 2000 °C. Näissä lämpötiloissa kemiallisten reaktioiden kulun määrää kaasujen sekoittumisnopeus. Käytännössä lähtöaineiden kaasuvirtauksen BD kohdatessa reaktorissa R hapettavien kaasujen  
15 suihkut O oksidoituminen tapahtuu näiden kaasuvirtausten välisille rajapinnoille muodostuvissa sekoittumisvyöhykkeissä (reaktio-  
vyöhykkeissä), joiden "paksuus" on tyypillisesti muutaman millimetrin luokkaa. Reaktoria R voidaan käyttää normaalipaineessa, mutta reaktioiden tehostamiseksi reaktorin painetta, lähtökaasujen ja hapettavien kaasujen virtausnopeutta sekä reaktorin lämpötilaa  
20 voidaan säätää prosessin optimoimiseksi.

Keksinnön eräässä ja kuvassa 3 periaatteellisesti esitetyssä suoritusmuodossa kondensaatio aiheutetaan lähtöaineiden kaasuvirtauksen BD adiabattisen laajentamisen avulla. Toisin sanoen  
25 lähtöainesten kaasuvirtaus BD ohjataan esimerkiksi sinänsä hyvin tunnetun ns. Lavallin suuttimen LR läpi. Virtauskanavana ja reaktorina toimivassa Lavallin suuttimessa LR kaasuvirtaus BD voidaan kiihdyttää ylläänennopeudelle. Pelkistettyjen lähtöaineiden hapettamisessa tarvittavat hapettavat kaasut O voidaan ohjata lähtöainesten kaasuvirtaukseen BD esimerkiksi suuttimen LR kapelmissa osassa, jolloin kaasujen laajenemisesta aiheutuva turbulenssi tehostaa kaasujen sekoittumista. On huomattava, että kuvassa 3 havainnollistarkoituksessa esitetyn Lavallin suuttimen LR muoto ei välttämättä vastaa todellisuudessa käytettävän suuttimen tarkkaa  
35 muotoa.

## 10

Käytettäessä adiabaattista laajentamista saavutetaan lisäetuna hiukkasille P suuri nopeus, jota voidaan käyttää hyväksi tehostamaan hiukkasten keräystä substraatille impaktiomekanismlä hyödynlän.

- 5 Sopivalla hapettavien kaasujen valinnalla voidaan estää epäpuhtauksien kondensoitumista ja päätymistä hiukkasiin. Hapettavina kaasuina voidaan käyttää esimerkiksi hiilimonoksidin, hiilidioksidin ja veden erilaisia seoksia.
- 10 Reaktorin R, LR rakenne voi olla uunimainen siten, että reaktorin seinämät ovat lämmitettyjä. Reaktorin materiaalina käytetään edullisesti korkeita lämpötiloja kestäviä materiaaleja, kuten esimerkiksi kvartsia. Reaktorin seinämät voivat osittain tai kokonaan myös huokoisia, jolloin esimerkiksi erilaisia suojakaasuja voidaan ohjata
- 15 seinämien läpi reaktoriin sisään. Reaktorin R, LR muodostaman virtauskanavan poikkileikkauksen muoto voi olla suorakalde, ympyrä tai myös joku muu tarkoitukseen sopiva muoto.
- 20 Perusaineina B seostettuja lasimateriaaleja muodostettaessa voidaan käyttää myös kloorivapaita lähtöaineita kuten TEOS (engl. tetraethylortosilicate) tai GEOS (engl. tetrathoxygermanium) sopivassa muodossa. Seosaineina D voidaan aikaisemmin mainittujen lisäksi käyttää myös muita harvinaisia maametalleja ja lantanideja, kuten esimerkiksi neodyymia, sekä edelleen myös fosforia,
- 25 booria ja/tai fluoria.
- 30 Keksinön mukaista menetelmää käyttäen muodostetut lasihiukkaset voidaan kerätä tekniikan tason mukaisesti sopivalle substraatille, esimerkiksi pyörivän tuurnan ympärille tai tasomaiselle substraatille, jonka pinnalle näin muodostuva huokoinen lasikerros voidaan myöhemmissä prosessivaiheissa sintrata tiiviiksi lasikerrokseksi. Lasihiukkaset voidaan kuitenkin kerätä myös muulla tavoin, esimerkiksi pölymäisenä jauheena, jota voidaan käyttää myöhemmin halutulla tavalla lasikomponenttien valmistuksessa.
- 35 Alan ammattimiehelle on luonnollisesti selvää, että edellä keksinnön ori suoritusmuotojen yhteydessä esitellyjä toimitatapoja eri tavoin

11

yhdistelmällä voidaan aikaansaada erilaisia keksinnön suoritusmuotoja, jotka ovat keksinnön hengen mukaisia. Tämän vuoksi edellä esitettyjä esimerkkejä ei tule tulkita keksintöä rajoittavasti, vaan keksinnön suoritusmuodot voivat vapaasti vaihdella jäljempänä patenttivaatimuksissa esitettyjen keksinnöllisten piirteiden puitteissa.

Piirustuksissa on esitetty vain keksinnön periaatteen ymmärtämisen kannalta keskeiset osat ja komponentit, ja on selvää että esimerkiksi reaktorin R, LR lämpötilan ja paineolosuhteiden sekä kaasuvirtausten säätämiseksi tarvitaan tiettyjä alan ammattimiehelle ilmeisiä komponentteja, joita kuvissa ei ole esitetty.

15

Patenttivaatimukset :

1. Menetelmä senstetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi, jossa  
5 menetelmässä lasimateriaalla muodostavat olennaisesti kaikki lähtöaineet, sekä lasimateriaalin perusaineet (B) että seosteaineet (D) saatetaan höyrymäiseen pelkistyneeseen olomuotoon kaasufaasiin ja tämän jälkeen reagoimaan keskenään lasihiukkasten (P) muodostamiseksi, tunnettu siitä, että sekoitetaan mainitut  
10 höyrymäisessä ja pelkistyneessä olomuodossa olevat lähtöaineet (B,D) yhteen lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi (BD), joka kaasuvirtaus (BD) edelleen kondensoidaan nopeasti siten, että lähtöaineiden (B,D) olennaisesti kaikki ainesosat saavuttavat olennaisesti yhtä aikaa ylikylläisyyssitilan muodostaen lasihiukkasia (P) siten, että kemiallisia faasisapainoja ei ehditä saavuttaa.
- 15
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lähtöaineiden (B,D) nopea kondensoituminen lasihiukkasiksi (P) aikaansaadaan lähtöaineiden (B,D) nopealla hapettamisella.
- 20
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että mainittu lähtöaineiden (B,D) nopea hapetus ja kondensointi aikaansaadaan ohjaamalla lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) yksi tai useampia hapettavien kaasujen suihkuja (O), sopivimmin hapesta ja/tai hiilidioksidista muodostettuja suihkuja.
- 25
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että mainittu yksi tai useampi hapettavien kaasujen suihku (O) ohjataan lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) voimakasta turbulenssia ja sekoittumista aiheuttavalla tavalla.
- 30
5. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että lasihiukkasten (P) muodostumista tehostetaan ohjaamalla mainittu yksi tai useampi hapettavien kaasujen suihku (O) lähtöaineiden kaasuvirtaukseen (BD) mainittua kaasuvirtausta kylmempänä.
- 35

## 13

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siltä, että lähtöainesten (B,D) nopea kondensoituminen lasihiukkasiksi (P) aikaansaadaan ja/tai sitä tehostetaan laajentamalla lähtöainesten kaasuvirtausta (BD) adiabaattisesti.

5

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, tunnettu siltä, että lähtöainesten kaasuvirtaus (BD) ohjataan Lavallin suuttimen (LR) tai vastaavan lävitse.

10

8. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siltä, että lasimateriaalin perusaineena (B) käytetään piin tai germaniumin epäorgaanista tai orgaanista yhdistettä kuten piileletrakloridia, germaniumtetrakloridia, TEOS:ia (engl. tetraethylortosilicato) tai GEOS:ia (engl. tetraethoxygermanium).

15

9. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siltä, että lasimateriaalin seosteaineena (D) käytetään erbiomia, neodymia, muuta harvinaista maametallia, alumiinia, fosforia, booria ja/tai fluoria.

20

L 3

14

Tiivistelmä :

Keksintö kohdistuu menetelmään seostetun, erityisesti valoa vahvistavissa optisissa aaltojohteissa käytettävän lasimateriaalin valmistamiseksi, jossa menetelmässä lasimateriaalia muodostavat olennaisesti kaikki lähtöaineet, sekä lasimateriaalin perusaineet (B) että seostaineet (D) saatetaan höyrymäiseen pelkistyneeseen olomuotoon kaasufaasiin ja tämän jälkeen reagoimaan keskenään lasihiukkasten (P) muodostamiseksi. Keksinnön mukaisesti mainitut höyrymäisessä ja pelkistyneessä olomuodossa olevat lähtöaineet (B,D) sekoitetaan yhteen lähtöaineiden kaasuvirtaukseksi (BD), joka kaasuvirtaus (BD) edelleen kondensoidaan nopeasti siten, että lähtöaineiden (B,D) olennaisesti kaikki ainesosat saavuttavat olennaisesti yhtä aikaa ylikylläisyysilman muodostaen lasihiukkasia (P) siten, että kemiallisia faasitasapainoja ei chditä saavuttaa.

Fig. 1

2 21

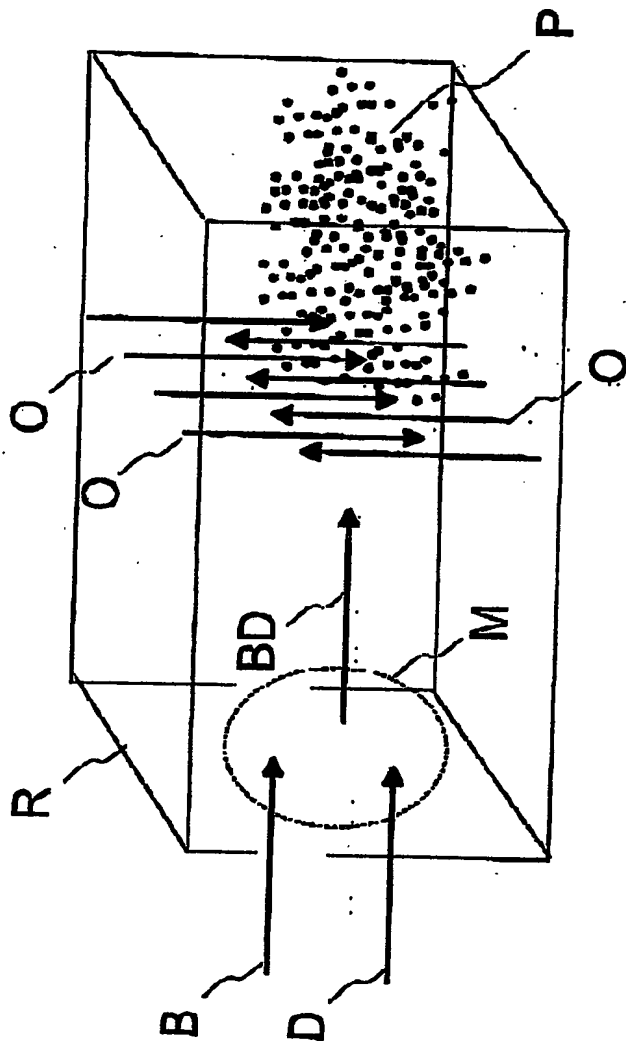


Fig. 1



44

2

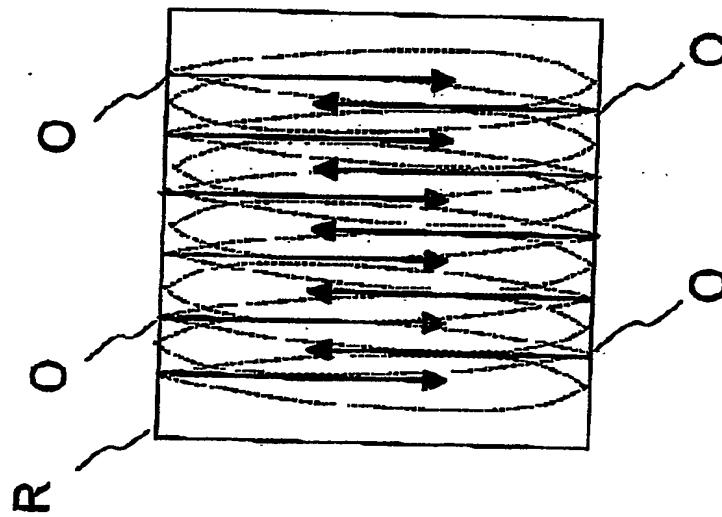


Fig. 2

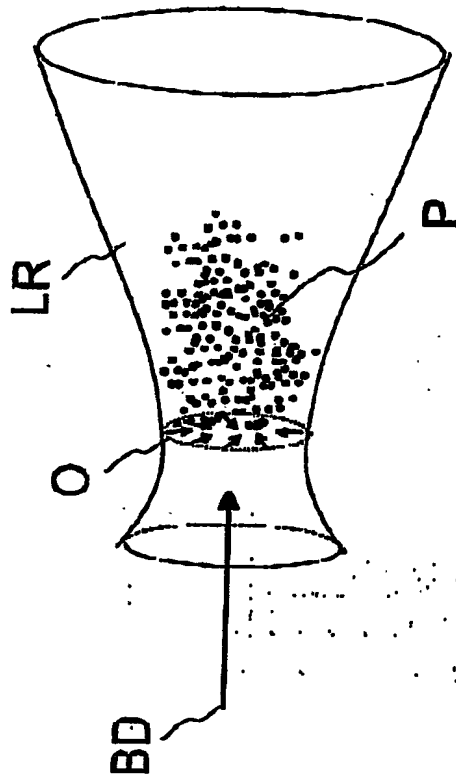


Fig. 3

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**